

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 1 2 月 2 4 日
Date of Application:

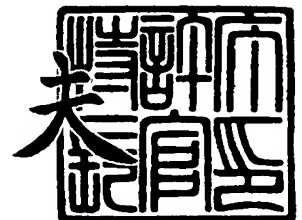
出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 3 7 2 6 7 7
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 3 7 2 6 7 7]

出 願 人 日 本 製 紙 株 式 会 社
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 1 月 2 6 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康



【書類名】 特許願

【整理番号】 PUL02024SG

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 D21C 9/02
D21C 9/16

【発明者】

【住所又は居所】 東京都北区王子 5 丁目 2 1 番 1 号 日本製紙株式会社
技術研究所内

【氏名】 上條 康幸

【発明者】

【住所又は居所】 東京都北区王子 5 丁目 2 1 番 1 号 日本製紙株式会社
技術研究所内

【氏名】 小野寺 勇雄

【発明者】

【住所又は居所】 東京都北区王子 5 丁目 2 1 番 1 号 日本製紙株式会社
技術研究所内

【氏名】 渡部 啓吾

【発明者】

【住所又は居所】 東京都北区王子 5 丁目 2 1 番 1 号 日本製紙株式会社
技術研究所内

【氏名】 宮西 孝則

【特許出願人】

【識別番号】 000183484

【氏名又は名称】 日本製紙株式会社

【代理人】

【識別番号】 100074572

【弁理士】

【氏名又は名称】 河澄 和夫

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012553

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9704982

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 高白色度機械パルプの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 晒機械パルプの製造方法であって、一次リファイニングによる解繊工程－漂白工程－二次リファイニングによる叩解工程から成る晒機械パルプの製造工程において、木材チップを解繊後、パルプ繊維を漂白するに先立ち、パルプ繊維を洗浄し、二次リファイニング後のハンター白色度が45～65%の晒機械パルプを得ることを特徴とする高白色度機械パルプの製造方法。

【請求項 2】 木材チップが難漂白性の木材チップであり、その樹種が、カラマツ属(Larix)、トガサワラ属(Pseudotsuga)、スギ属(Cryptomeria)、ツガ属(Tsuga)、ネズコ属(Thuja)、マツ属(Pinus)の単材チップまたは2種類以上の混合チップであることを特徴とする請求項1記載の高白色度機械パルプの製造方法。

【請求項 3】 解繊パルプの洗浄が、温度5～95℃の水による希釈とフィルタ上のプレスによる脱水により行なわれ、かつ、洗浄効率が52.6～99.2%であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の高白色度機械パルプの製造方法。

【請求項 4】 洗浄後の解繊パルプの漂白が、酸化剤または還元剤を用いた1段の漂白であることを特徴とする請求項1から請求項3に記載のいずれか一つの高白色度機械パルプの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は難漂白性の木材チップを原料とする、白色度が高い機械パルプの製造方法に関するもので、難漂白性の木材チップから難漂白性の原因物質を除去する技術に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

機械パルプに関しては、その原料となる木材繊維の性質がパルプ品質の主要な性質を決定する。しかしながら、近年では木材利用とパルプ品質に対する要求の

変化、また環境保護気運の高まりに伴う森林資源の供給の変化により、以前は機械パルプ化には不適とされていた樹種も原料として利用されつつある。原料として使用されるこれらの樹種は、従来の製造条件でパルプ化を行っても、要求される品質を満たさないことが多い。その一方で、近年、機械パルプが配合される紙のグレードとしては、軽量塗工紙(LWC)、高光沢紙(SC)など付加価値の高いものが注目されており、従来と同等もしくは、より高品質なパルプを、機械パルプには適さない原料から製造する技術が必要となってきた。

【0003】

M. Jacksonは機械パルプには適さない原料として、ダグラスモミ(Douglas fir)、バンクスマツ(Jack pine)、カラマツ(Larch)の針葉樹を挙げている(非特許文献1参照。)。これらの原料は、特に白色度が低いことが問題であり、漂白薬品を消費するポリフェノール系の抽出物を多く含んでいるため、漂白工程において過酸化水素等の漂白薬品が多量に必要となる。

【0004】

特に、これらの材種で問題となるのは、心材部に抽出物が多量に含有され、そのため着色していることである。辺材部のみから機械パルプを製造した場合、その品質は従来利用されてきた樹種とほぼ同等とされているが、辺材部と比較して抽出物を多量に含む心材部が原料に混入した場合は白色度が低下し、所定の白色度に到達させるためには漂白薬品を多量に添加する必要があった。

【0005】

機械パルプの白色度を高めるための従来の技術としては、以下に示す数件の先願がある。絶乾チップに対して0.5~3.0重量%のアルカリと、アルカリの量に対して0.2~0.7倍量である過酸化水素とで木材チップを前処理した後、過酸化水素でリファイナー漂白を行う技術が開示されている(特許文献1参照。)。木材チップから晒機械パルプを製造する方法において、解繊を有機キレート剤と亜硫酸塩の存在下で行い、次いで該未晒パルプを過酸化物漂白する技術が登録されている(特許文献2参照。)。アルカリ性過酸化水素漂白水の存在下に木材チップをリファイニングし、晒機械パルプを製造するリファイナー漂白において、一次リファイニング後のpHが9.0~11.0となる量のアルカリを含有するアルカリ性過酸化水

素漂白液にて一次リファイニングし、次いで、一次リファイニング後、一次リファイニング直後から二次リファイニング直前までの間に絶乾パルプに対して0.05～3.0重量%の鉬酸を添加し、引き続き二次リファイニングを行う技術が登録されている(特許文献3参照。)。アルカリ性過酸化水素漂白液の存在下に木材チップをリファイニングし、晒機械パルプを製造するリファイナー漂白において、一次リファイニング後のpHが7.0～9.0未満となる量のアルカリを含有するアルカリ性過酸化水素漂白液にて一次リファイニングし、次いで、二次リファイニングに先立ち、一次リファイニング時のアルカリ量の5～50%に相当する量のアルカリ性物質を添加し、引き続き二次リファイニングを行う技術が登録されている(特許文献4参照。)。機械リファイナー木材パルプの製造方法であって、一次リファイナー処理前と処理後とに亜硫酸ナトリウムを用いて二段階処理する技術が開示されている(特許文献5参照。)。

【 0 0 0 6 】**【非特許文献 1】**

M. Jackson著 1998 Tappi Pulping Conf.Proc.p.455-465

【特許文献 1】

特開昭56-85488号公報

【特許文献 2】

特許第1240510号明細書

【特許文献 3】

特許第1515223号明細書

【特許文献 4】

特許第1515224号明細書

【特許文献 5】

特開昭59-15589号公報

【 0 0 0 7 】

しかし、これらの従来技術は、針葉樹材に含有されているポリフェノールなどの抽出物が、白色度低下原因物質であることに着目して、これらの物質を積極的に除去し、得られる晒機械パルプの白色度を向上させるものではない。抽出物

を多量に含有する難漂白性材から高白色度の晒機械パルプを製造できる新規な技術の開発が望まれている。

【0 0 0 8】

【発明が解決しようとする課題】

本発明が解決しようとする課題は、晒機械パルプを製造する方法において、第一には、抽出物を多量に含有する難漂白性材からの高白色度の晒パルプを製造できる新規な技術の提供にあり、第二には、漂白薬品の使用量を低減できる技術の提供にある。

【0 0 0 9】

【課題を解決するための手段】

一次リファイニングによる解繊工程－漂白工程－二次リファイニングによる叩解工程から成る晒機械パルプの製造工程において、難漂白性の木材チップを解繊後、パルプ繊維を漂白するに先立ち、パルプ繊維を洗浄することにより、漂白薬品の使用量を低減でき、かつ、二次リファイニング後のハンター白色度が45～65%の晒機械パルプを得ることができる。

【0 0 1 0】

【発明の実施の形態】

本発明の処理対象である難漂白性の樹種としては、フラボノイド類を多量に含むカラマツ属(Larix)、トガサワラ属(Pseudotsuga)、スギ属(Cryptomeria)、ツガ属(Tsuga)、ネズコ属(Thuja)、マツ属(Pinus)が挙げられ、これらの単材チップまたは混合チップを本発明に適用できる。

【0 0 1 1】

難漂白性の木材チップは、まず一次リファイニング処理される。用いる装置は、加圧もしくは大気圧リファイニング装置であり、公知の条件でパルプ繊維に解繊される。リファイニングは一般の解繊装置で充分であり、好ましくはシングルディスクリファイナー、コニカルディスクリファイナー、ダブルディスクリファイナー、ツインディスクリファイナー等で解繊される。リファイニング工程中の漂白チップの濃度は約20～60固形分重量%で実施するのが好ましく、処理温度は100～180℃が好ましい。更に好ましくは120～135℃である。また、解繊を良好と

する目的で、一次リファイニングに先立って予熱処理することが好ましい。この場合の温度は100～135℃が好ましい。

【0 0 1 2】

次いで、解繊パルプは濃度0.5～5.0%、好ましくは0.5～2.0%、更に好ましくは1.0～2.0%に希釈され洗浄を行った後、濃度10～40%、好ましくは10～20%、更に好ましくは10～16%に脱水・濃縮される。希釈には水を使用するが、その温度は5～95℃である。この工程では難漂白性木材チップの抽出物由来のポリフェノール類などのアニオン性夾雑物(anionic trash)を除去する。脱水濃縮装置は、例えばモデル575脱水プレス (Model 575 Dewatering Press, アンドリッツ社) などの一般のパルプ脱水濃縮設備を用いて実施することができる。洗浄効率を「洗浄前に存在した水が除去された割合」と定義すると、本発明の洗浄における洗浄効率は、52.6～99.2%となる。但し、好ましくは52.6～94.7%、更に好ましくは65.0～94.7%である。

【0 0 1 3】

次いで、洗浄後の解繊パルプは漂白される。この漂白薬剤としては、過酸化水素、オゾン、過酢酸等の酸化剤またはヒドロサルファイト（亜二チオン酸ナトリウム）、硫酸水素ナトリウム、水素化ホウ素ナトリウム、ホルムアミジンスルフィン酸 (FAS) 等の還元剤を用いることができる。中でも、過酸化物漂白を行う場合に、漂白効率改善と白色度向上の効果が大きい。反応条件は各漂白薬剤の公知の条件で行うことができる。

【0 0 1 4】

漂白後のパルプは、二次リファイニング処理される。この装置としては、公知のリファイニング装置を用い、公知の条件で精砕し、所望のパルプ濾水度まで低下させる。この工程は加圧、或いは常圧下で行い、リファイニング装置は一般の加圧または常圧型解繊装置を用いるのが好ましく、濃度は約4～60%で実施することができる。

【0 0 1 5】

【実施例】

次に実施例に基づき、本願発明を更に詳細に説明するが、本願発明はこれらに

限定されるものではない。各薬剤の添加率は、チップまたはパルプの絶乾重量に対する固形分重量で示した。

1. 供試チップ

難漂白性の材として、ダグラスモミ単独のチップを使用した。通常の漂白性の材として、ヘムロック/パイン=80/20(絶乾重量配合比)の混合チップを使用した。

2. パルプの調製方法

(1) 一次リファイニング：予熱後のチップを濃度40固形分重量%に調整し、加圧リファイナー(熊谷理器工業製BPR45-300SS)で処理し、解繊した。リファイニング温度は133℃。

(2) 過酸化水素漂白条件：一次リファイニング後の解繊パルプに、水酸化ナトリウムを1.2%、珪酸ナトリウムを1.3%、次いで過酸化水素を1.8%添加した。パルプ固形分濃度は15%、温度80℃、滞留時間35分で漂白処理を行った。

(3) 二次リファイニング：パルプ濃度を20固形分重量%に調整し、常圧リファイナー(熊谷理器工業製BR-300CB)を用いて、濾水度90mlまでリファイニングを行った。

3. 白色度の測定：調製したパルプから手抄き紙を作成し、パルプのハンター白色度を測定した。

【0016】

【実施例1】

難漂白性のダグラスモミ100%のチップを、濃度40固形分重量%で、温度133℃の一次リファイニングを行い解繊した。これに温度50℃の温水を加え、濃度1.0固形分重量%まで希釈した。次いで、脱水機で濃度30固形分重量%まで濃縮・脱水をおこなった。洗浄効率は97.6%である。これを再度温水で希釈し、濃度15固形分重量%で過酸化水素漂白処理(過酸化水素添加率1.8%、3.0%、4.0%、8.0%)し、更に二次リファイニングで濾水度95mlまで叩解した。叩解後の晒機械パルプのハンター白色度を測定した。尚、過酸化水素漂白処理をしない場合も同様に二次リファイニングした。結果を表1、図1に示した。

【0017】

【比較例 1】

難漂白性のダグラスモミ100%のチップを、濃度40固形分重量%で、温度133℃の一次リファイニングを行い解繊した。これを温水で希釈し、濃度15固形分重量%で過酸化水素漂白処理(過酸化水素添加率1.8%、2.5%、3.0%、4.0%、5.0%、8.0%)し、更に二次リファイニングで濾水度95mlまで叩解した。叩解後の晒機械パルプのハンター白色度を測定した。尚、過酸化水素漂白処理をしない場合も同様に二次リファイニングした。結果を表1、図1に示した。

【0018】

【比較例 2】

漂白性が通常レベルであるヘムロック/パイン=80/20の混合チップを、濃度40固形分重量%で、温度133℃の一次リファイニングを行い解繊した。これを温水で希釈し、濃度15固形分重量%で過酸化水素漂白処理(過酸化水素添加率1.8%、2.5%、3.0%、4.0%、5.0%、8.0%)し、更に二次リファイニングで濾水度95mlまで叩解した。叩解後の晒機械パルプのハンター白色度を測定した。尚、過酸化水素漂白処理をしない場合も同様に二次リファイニングした。結果を表1、図1に示した。

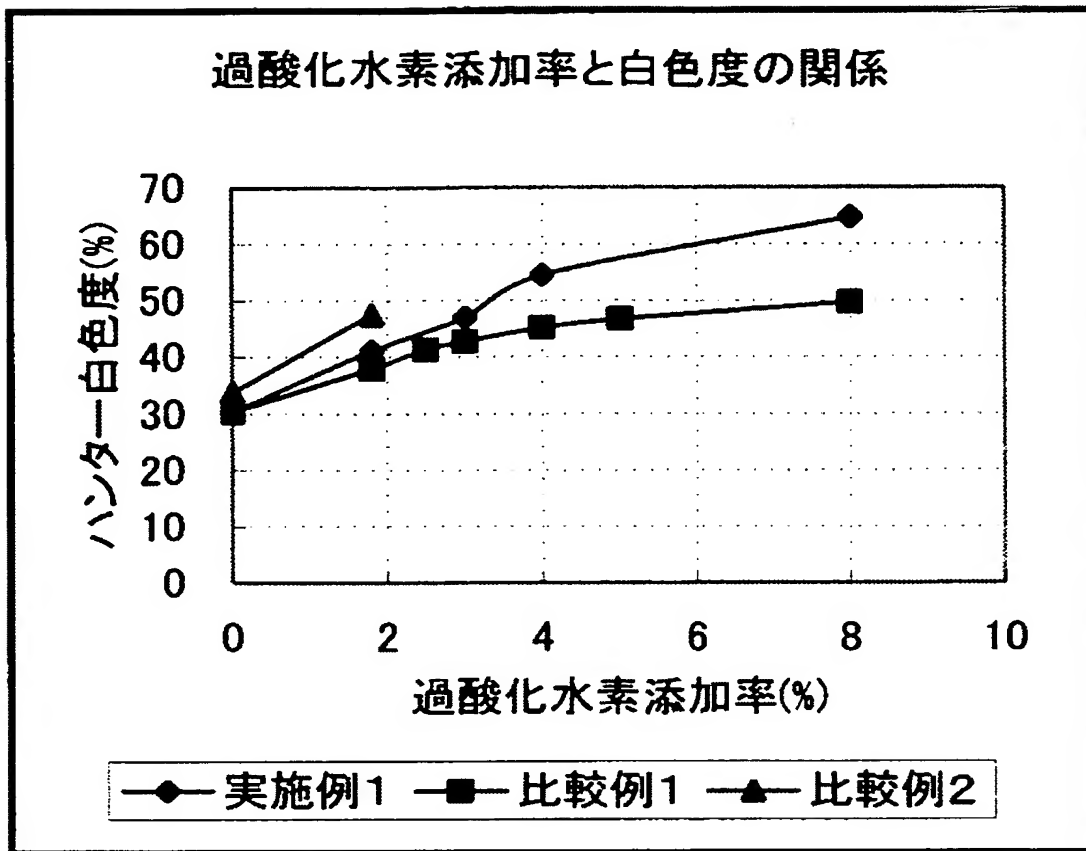
【0019】

【表1】

H2O2添加率(%)	0	1.0	1.8	2.0	2.5	3.0	4.0	5.0	8.0
実施例1	30.3		41.0			47.0	54.5		64.7
比較例1	30.3		37.9		41.3	42.7	45.2	46.7	49.7
比較例2	33.7		47.5						

【0020】

【図 1】



【0021】

一次リファインング後に洗浄処理を施した実施例 1 の晒機械パルプの白色度と、洗浄処理しない比較例 1 の白色度とを、同一過酸化水素添加率で比較すると、実施例 1 の場合に白色度が大幅に向上している。このことから、洗浄処理により、難漂白性の原因物質であるポリフェノール類が除去される結果、過酸化水素の漂白効率が大きく改善されることが解る。例えば、比較例 2 の漂白性が通常レベルであるヘムロック/パイン=80/20の混合チップで、過酸化水素添加率が1.8%の場合の晒機械パルプと同じ白色度47.5%を得るには、比較例 1 では過酸化水素を5.2%添加しなければならないが、実施例 1 では2.9%の添加で済み、過酸化水素添加率を44%も削減できる。

【0022】

【実施例 2】

難漂白性のダグラスモミ100%のチップを、濃度40固形分重量%で、温度133℃の

一次リファイニングを行い解繊した。これに温度50℃の温水を加え、濃度1.0固形分重量%まで希釈した。次いで、脱水機で濃度16固形分重量%まで濃縮・脱水をおこなった。洗浄効率は94.7%である。これを再度温水で希釈し、濃度15固形分重量%で過酸化水素漂白処理(過酸化水素添加率8.0%)し、更に二次リファイニングで濾水度95mlまで叩解した。叩解後の晒機械パルプのハンター白色度を測定した。結果を表2、図2に示した。

【0023】

【実施例3】

難漂白性のダグラスモミ100%のチップを、濃度40固形分重量%で、温度133℃の一次リファイニングを行い解繊した。これに温度50℃の温水を加え、濃度3.0固形分重量%まで希釈した。次いで、脱水機で濃度10固形分重量%まで濃縮・脱水をおこなった。洗浄効率は72.2%である。これを再度温水で希釈し、濃度15固形分重量%で過酸化水素漂白処理(過酸化水素添加率8.0%)し、更に二次リファイニングで濾水度95mlまで叩解した。叩解後の晒機械パルプのハンター白色度を測定した。結果を表2、図2に示した。

【0024】

【実施例4】

難漂白性のダグラスモミ100%のチップを、濃度40固形分重量%で、温度133℃の一次リファイニングを行い解繊した。これに温度50℃の温水を加え、濃度4.0固形分重量%まで希釈した。次いで、脱水機で濃度10.0固形分重量%まで濃縮・脱水をおこなった。洗浄効率は62.5%である。これを再度温水で希釈し、濃度15固形分重量%で過酸化水素漂白処理(過酸化水素添加率8.0%)し、更に二次リファイニングで濾水度95mlまで叩解した。叩解後の晒機械パルプのハンター白色度を測定した。結果を表2、図2に示した。

【0025】

【実施例5】

難漂白性のダグラスモミ100%のチップを、濃度40固形分重量%で、温度133℃の一次リファイニングを行い解繊した。これに温度50℃の温水を加え、濃度5.0固形分重量%まで希釈した。次いで、脱水機で濃度固形分重量10.0%まで濃縮・脱水

をおこなった。洗浄効率は52.6%である。これを再度温水で希釈し、濃度15固形分重量%で過酸化水素漂白処理(過酸化水素添加率8.0%)し、更に二次リファイニングで濾水度95mlまで叩解した。叩解後の晒機械パルプのハンター白色度を測定した。結果を表2、図2に示した。

【0026】

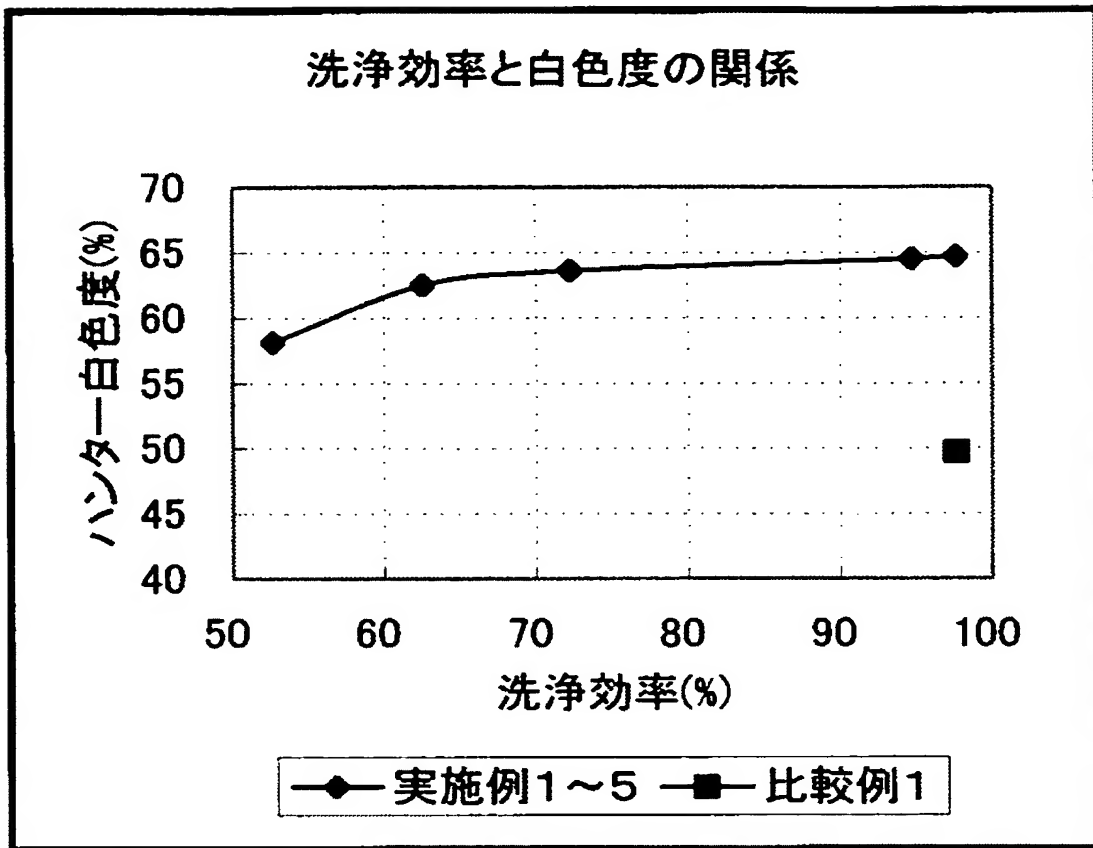
過酸化水素添加率8.0%一定で、実施例1～5の白色度と比較例1の白色度とを比べた。実施例1～5、すなわち洗浄効率52.6～97.6%の場合の白色度は、比較例1よりも高いことが解る。洗浄効率が最も低い実施例5でも比較例1よりも白色度が8.4%高い結果である。但し、洗浄効率50%前後から白色度が急激に低下する傾向が伺える。

【0027】**【表2】**

	希釈後濃度	脱水後濃度	洗浄効率	白色度
	%	%	%	%
実施例1	1.0	30.0	97.6	64.7
実施例2	1.0	16.0	94.7	64.5
実施例3	3.0	10.0	72.2	63.6
実施例4	4.0	10.0	62.5	62.5
実施例5	5.0	10.0	52.6	58.1
比較例1	1.0	30.0	97.6	49.7

【0028】

【図 2】



【0029】

【発明の効果】

晒機械パルプを製造する方法において、第一には、抽出物を多量に含有する難漂白性材からの高白色度の晒パルプを製造でき、また、漂白薬品の使用量を低減できる。

【書類名】

要約書

【要約】**【課題】**

本発明が解決しようとする課題は、晒機械パルプを製造する方法において、第一には、抽出物を多量に含有する難漂白性材からの高白色度の晒パルプを製造できる新規な技術の提供にあり、第二には、漂白薬品の使用量を低減できる技術の提供にある。

【解決手段】

一次リファイニングによる解繊工程－漂白工程－二次リファイニングによる叩解工程から成る晒機械パルプの製造工程において、難漂白性の木材チップを解繊後、パルプ繊維を漂白するに先立ち、パルプ繊維を洗浄することにより、漂白薬品の使用量を低減でき、かつ、二次リファイニング後のハンター白色度が45～65%の晒機械パルプを得ることができる。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 3 7 2 6 7 7
受付番号	5 0 2 0 1 9 5 2 4 7 1
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0 0 9 5
作成日	平成 1 4 年 1 2 月 2 5 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成14年12月24日
-------	-------------

次頁無



特願 2 0 0 2 - 3 7 2 6 7 7

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号

[0 0 0 1 8 3 4 8 4]

1. 変更年月日

1 9 9 3 年 4 月 7 日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都北区王子 1 丁目 4 番 1 号

氏 名

日本製紙株式会社